

# Process for conditioning organic pigments

**Publication number:** DE10031558 (A1)

**Publication date:** 2002-01-10

**Inventor(s):** NICKEL UWE [DE]; KUND KLAUS [DE]; DIETZ ERWIN [DE];  
WEBER JOACHIM [DE]; SCHUPP OLAF [DE] +

**Applicant(s):** CLARIANT GMBH [DE] +

**Classification:**

- international: *B01J19/00; C09B1/22; C09B11/12; C09B19/02;  
C09B26/02; C09B29/20; C09B29/33; C09B3/60;  
C09B33/147; C09B33/153; C09B35/03; C09B35/035;  
C09B47/10; C09B48/00; C09B5/00; C09B5/48; C09B5/62;  
C09B56/00; C09B57/00; C09B57/12; C09B67/00;  
C09B67/10; C09B67/48; C09B67/52; C09B7/04; F28D9/00;  
B01J19/00; C09B1/00; C09B11/00; C09B19/00;  
C09B26/00; C09B29/00; C09B3/00; C09B33/00;  
C09B35/00; C09B47/04; C09B48/00; C09B5/00;  
C09B56/00; C09B57/00; C09B67/00; C09B7/00; F28D9/00;  
(IPC1-7): C09B67/00*

- European: B01J19/00R; C09B67/00B5; F28D9/00

**Application number:** DE20001031558 20000628

**Priority number(s):** DE20001031558 20000628

## Also published as:

EP1167461 (A2)  
EP1167461 (A3)  
EP1167461 (B1)  
US2002014179 (A1)  
US6562121 (B2)  
TW278494 (B)  
KR20020001656 (A)  
JP2002030230 (A)  
ES2292511 (T3)  
CN1330116 (A)  
CN100424137 (C)

<< less

Abstract not available for DE 10031558 (A1)

Abstract of corresponding document: **EP 1167461 (A2)**

Conditioning of organic pigments comprises thermally handling a liquid pigment suspension in a micro reactor.

~~~~~  
Data supplied from the **espacenet** database — Worldwide



⑱ **BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND**



**DEUTSCHES  
PATENT- UND  
MARKENAMT**

⑫ **Offenlegungsschrift**  
⑩ **DE 100 31 558 A 1**

⑤① Int. Cl.<sup>7</sup>:  
**C 09 B 67/00**

⑲ Aktenzeichen: 100 31 558.5  
⑳ Anmeldetag: 28. 6. 2000  
㉓ Offenlegungstag: 10. 1. 2002

**DE 100 31 558 A 1**

⑦① Anmelder:  
Clariant GmbH, 65929 Frankfurt, DE

⑦② Erfinder:  
Nickel, Uwe, Dr., 61352 Bad Homburg, DE; Kund,  
Klaus, Dr., 65558 Langenscheid, DE; Dietz, Erwin,  
Dr., 61462 Königstein, DE; Weber, Joachim, Dr.,  
65929 Frankfurt, DE; Schupp, Olaf, Dr., 65929  
Frankfurt, DE

**Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen**

⑤④ Verfahren zur Konditionierung von organischen Pigmenten

⑤⑦ Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Konditionierung von organischen Pigmenten, indem man eine flüssige Präpigmentsuspension in einen miniaturisierten, kontinuierlich arbeitenden Reaktor einleitet und dort thermisch behandelt.

**DE 100 31 558 A 1**

[0001] Die vorliegende Erfindung beschreibt ein Verfahren zur Konditionierung von organischen Pigmenten in Mikroreaktoren.

[0002] Organische Pigmente sind seit langem bekannt und haben zum Pigmentieren von hochmolekularen organischen Materialien wie Lacken, Kunststoffen oder Druckfarben große industrielle Bedeutung erlangt. Bei der Synthese fallen die Pigmente meist entweder als sehr feine Präpigmente oder als grobe Rohpigmente an, die den technischen Anforderungen noch nicht entsprechen. Die feinteiligen Präpigmente müssen oftmals einer thermischen Behandlung unterworfen werden, um die geforderten Eigenschaften zu erreichen. Bei grobteiligen Rohpigmenten wird oftmals eine Feinverteilung zur Korngrößenverkleinerung durchgeführt, der meist eine thermische Behandlung folgen muß, um den technischen Anforderungen entsprechende Pigmente zu erhalten.

[0003] Die thermische Behandlung kann dabei verschiedene gewünschte Effekte bewirken, beispielsweise kann die Korngrößenverteilung enger werden, die mittlere Korngröße kann sich zu höheren Werten verschieben, die durch eine Mahlung zerkleinerten und stark agglomerierten Pigmente können desagglomeriert werden, es können Hilfsmittel zugegeben und homogen auf die Pigmentoberfläche verteilt werden, in manchen Fällen kann durch die thermische Behandlung ein Wechsel zwischen verschiedenen Kristallmodifikationen bewirkt werden. Diese Effekte führen dann zu den gewünschten technischen Anforderungen wie beispielsweise Erzielen des gewünschten Farbtons, Erhöhung der Farbstärke oder der Reinheit des Farbtons, Verbesserung der Dispergierbarkeit, der Rheologie, der Lichtechtheit, des Glanzes oder der Wetterechtheit, oder Steuerung der Lichtstreuungseigenschaften und damit der Deckkraft.

[0004] Aus der Literatur sind für die unterschiedlichsten organischen Pigmente Verfahren zur thermischen Behandlung bekannt:

Die DE-A-12 61 106 offenbart ein Batch-Verfahren zur thermischen Behandlung von substituierten Chinacridonpigmenten durch Erhitzen der Rohpigmente in Lösemitteln unter Druck.

[0005] Die EP-A-0 318 022 offenbart ein Batch-Verfahren zur Herstellung eines deckenden Dimethylperylimid-Pigments, bei dem die Deckkraft durch thermische Behandlung erzielt wird.

[0006] Die EP-A-0 672 729 offenbart ein Batch-Verfahren zur Herstellung eines deckenden Diketopyrrolopyrrol-Pigments, bei dem die Deckkraft durch eine thermische Behandlung erzielt wird.

[0007] Die EP-A-0 655 485 und die EP-A-0 799 863 offenbaren Batch-Verfahren zur Herstellung von Chinacridonpigmenten, bei denen die Umwandlung von der alpha-Phase in die beta-Phase durch thermische Behandlung mit einem organischen Lösemittel und in Gegenwart von wässrigem Alkali durchgeführt wird.

[0008] Bekannt sind Batch-Verfahren zur Herstellung eines Azopigments, bei dem eine thermische Behandlung in wässrigem Medium (EP-A-0 077 025) oder in organischen Lösemitteln (EP-A-0 894 831) durchgeführt wird.

[0009] Ein gemeinsames Merkmal dieser Batch-Verfahren ist die Notwendigkeit der Kontrolle der Verfahrensparameter: beispielsweise sind Temperatur und Dauer der thermischen Behandlung, Suspensionskonzentration, Einsatz von Lösemitteln oder Anwesenheit von Säuren oder Laugen entscheidend für die coloristischen Eigenschaften der erhaltenen Pigmente sowie deren Qualitätskonstanz. Auch ist der scale-up von neuen Produkten vom Labormaßstab in den

großtechnischen Maßstab bei Batch-Verfahren aufwendig und kann Schwierigkeiten bereiten, da beispielsweise Kessel- und Rührergeometrien oder Wärmeübergänge großen Einfluss auf Korngröße, Korngrößenverteilung und coloristische Eigenschaften haben.

[0010] Der vorliegenden Erfindung lag die Aufgabe zugrunde, ein umweltfreundliches, kostengünstiges, technisch zuverlässiges Verfahren zur Herstellung von organischen Pigmenten durch thermische Behandlung zu finden, bei dem die gewünschten Verfahrensparameter möglichst konstant eingehalten werden können und der scale-up einfach zu bewerkstelligen ist.

[0011] Es ist bekannt, bestimmte chemische Umsetzungen in Mikroreaktoren durchzuführen. Mikroreaktoren sind aus Stapeln von strukturierten Platten aufgebaut und in der DE 39 26 466 C2 und US-A-5,534,328 beschrieben. In der US-A-5,811,062 wird darauf hingewiesen, dass Mikrokanal-Reaktoren vorzugsweise für Reaktionen benutzt werden, die keine Materialien oder Feststoffe benötigen oder produzieren, da diese die Mikrokanäle verstopfen können.

[0012] Es wurde nun gefunden, dass sich Mikroreaktoren überraschenderweise zur Konditionierung von organischen Pigmenten durch thermische Behandlung ihrer Präpigmentsuspensionen eignen.

[0013] Die verwendete Bezeichnung "Mikroreaktor" steht dabei stellvertretend für miniaturisierte, vorzugsweise kontinuierlich arbeitende Reaktoren, die unter der Bezeichnung Mikroreaktor, Minireaktor, Mikromischer oder Minimischer bekannt sind und sich aufgrund der Dimensionen und Aufbau der Kanalstrukturen unterscheiden.

[0014] Beispielsweise können Mikroreaktoren, wie sie aus den angeführten Schriften oder aus Veröffentlichungen des Instituts für Mikrotechnik Mainz GmbH, Deutschland, oder des Fraunhofer Instituts für Chemische Technologie, Pfalz, bekannt sind, oder auch kommerziell erhältliche Mikroreaktoren, wie beispielsweise der auf Cytos™ basierende Selecto™ der Firma Cellular Process Chemistry GmbH, Frankfurt/Main, eingesetzt werden.

[0015] Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Konditionierung von organischen Pigmenten, dadurch gekennzeichnet, dass man eine flüssige Präpigmentsuspension in einem Mikroreaktor thermisch behandelt.

[0016] Zweckmäßigerweise wird die Präpigmentsuspension kontinuierlich dem Mikroreaktor zugeführt. Dabei kann die in herkömmlichen Verfahren verwendete Reihenfolge der Zugabe von Präpigmentsuspension, Wasser, organischen Lösemitteln, Säuren und/oder Laugen realisiert werden; auch können die in herkömmlichen Verfahren verwendeten Hilfsmittel ebenfalls im erfindungsgemäßen Verfahren eingesetzt werden.

[0017] Geeignete organische Pigmente sind beispielsweise Perylen-, Perinon-, Chinacridon-, Chinacridonchinnon-, Anthrachinon-, Anthanthron-, Benzimidazolone-, Disazokondensations-, Azo-, Indanthron-, Phthalocyanin-, Triarylcarbonium-, Dioxazin-, Aminoanthrachinon-, Diketopyrrolopyrrol-, Thioindigo-, Thiazinindigo-, Isoindolin-, Isoindolinon-, Pyranthron-, Isoviolanthron-Pigmente oder Mischungen davon.

[0018] Bevorzugte organische Pigmente im Sinne der vorliegenden Erfindung sind beispielsweise C.I. Pigment Red 123 (C.I. No. 71 145), C.I. Pigment Red 149 (C.I. No. 71 137), C.I. Pigment Red 178 (C.I. No. 71 155), C.I. Pigment Red 179 (C.I. No. 71 130), C.I. Pigment Red 190 (C.I. No. 71 140), C.I. Pigment Red 224 (C.I. No. 71 127), C.I. Pigment Violet 29 (C.I. No. 71 129), C.I. Pigment Orange 43 (C.I. No. 71 105), C.I. Pigment Red 194 (C.I. No. 71 100), C.I. Pigment Violet 19 (C.I. No. 73 900), C.I. Pigment Red 122 (C.I. No. 73 915), C.I. Pigment Red 192, C.I. Pigment

Red 202 (C.I. No. 73 907), C.I. Pigment Red 207, C.I. Pigment Red 209 (C.I. No. 73 905), C.I. Pigment Red 206 (C.I. No. 73 900/73 920), C.I. Pigment Orange 48 (C.I. No. 73 900/73 920), C.I. Pigment Orange 49 (C.I. No. 73 900/73 920), C.I. Pigment Orange 42, C.I. Pigment Yellow 147, C.I. Pigment Red 168 (C.I. No. 59 300), C.I. Pigment Yellow 120 (C.I. No. 11 783), C.I. Pigment Yellow 151 (C.I. No. 13 980), C.I. Pigment Brown 25 (C.I. No. 12 510), C.I. Pigment Violet 32 (C.I. No. 12 517), C.I. Pigment Orange 64; C.I. Pigment Brown 23 (C.I. No. 20 060), C.I. Pigment Red 166 (C.I. No. 20 730), C.I. Pigment Red 170 (C.I. No. 12 475), C.I. Pigment Orange 38 (C.I. No. 12 367), C.I. Pigment Red 188 (C.I. No. 12 467), C.I. Pigment Red 187 (C.I. No. 12 486), C.I. Pigment Orange 34 (C.I. No. 21 115), C.I. Pigment Orange 13 (C.I. No. 21 110), C.I. Pigment Red 9 (C.I. No. 12 460), C.I. Pigment Red 2 (C.I. No. 12 310), C.I. Pigment Red 112 (C.I. No. 12 370), C.I. Pigment Red 7 (C.I. No. 12 420), C.I. Pigment Red 210 (C.I. No. 12 477), C.I. Pigment Red 12 (C.I. No. 12 385), C.I. Pigment Blue 60 (C.I. No. 69 800), C.I. Pigment Green 7 (C.I. No. 74 260), C.I. Pigment Green 36 (C.I. No. 74 265); C.I. Pigment Blue 15 : 1, 15 : 2, 15 : 3, 15 : 4, 15 : 6 und 15 (C.I. No. 74 160); C.I. Pigment Blue 56 (C.I. No. 42 800), C.I. Pigment Blue 61 (C.I. No. 42 765 : 1); C.I. Pigment Violet 23 (C.I. No. 51 319), C.I. Pigment Violet 37 (C.I. No. 51 345), C.I. Pigment Red 177 (C.I. No. 65 300), C.I. Pigment Red 254 (C.I. No. 56 110), C.I. Pigment Red 255 (C.I. No. 56 1050), C.I. Pigment Red 264, C.I. Pigment Red 270, C.I. Pigment Red 272 (C.I. No. 56 1150), C.I. Pigment Red 71, C.I. Pigment Orange 73, C.I. Pigment Red 88 (C.I. No. 73 312), C.I. Pigment Yellow 175 (C.I. No. 11 784), C.I. Pigment Yellow 154 (C.I. No. 11 781), C.I. Pigment Yellow 83 (C.I. No. 21 108), C.I. Pigment Yellow 180 (C.I. No. 21 290), C.I. Pigment Yellow 181 (C.I. No. 11 777), C.I. Pigment Yellow 74 (C.I. No. 11 741), C.I. Pigment Yellow 213, C.I. Pigment Orange 36 (C.I. No. 11 780), C.I. Pigment Orange 62 (C.I. No. 11 775), C.I. Pigment Orange 72, C.I. Pigment Red 48 : 2/3/4 (C.I. No. 15 865 : 2/3/4), C.I. Pigment Red 53 : 1 (C.I. No. 15 585 : 1), C.I. Pigment Red 208 (C.I. No. 12 514), C.I. Pigment Red 185 (C.I. No. 12 516), C.I. Pigment Red 247 (C.I. No. 15 915).

**[0019]** Es können auch mehr als ein organisches Pigment oder Mischkristalle (solid solutions) von organischen Pigmenten oder Kombinationen von organischen mit anorganischen Pigmenten eingesetzt werden.

**[0020]** Die flüssige Phase der Präpigmentsuspension kann aus Wasser, organischen Lösemitteln, Säuren, Laugen oder aus einer Mischung einzelner oder aller dieser Stoffe bestehen.

**[0021]** Als organische Lösemittel eignen sich beispielsweise Alkohole mit 1 bis 10 C-Atomen, wie Methanol, Ethanol, n-Propanol, Isopropanol, n-Butanol, sek.-Butanol, tert.-Butanol, n-Pentanol, 2-Methyl-2-butanol, 2-Methyl-2-pentanol, 3-Methyl-3-pentanol, 2-Methyl-2-hexanol, 3-Ethyl-3-pentanol, 2,4,4-Trimethyl-2-pentanol, Cyclohexanol; oder Glykole, wie Ethylenglykol, Diethylenglykol oder Glycerin; Ether, wie Tetrahydrofuran, Dimethoxyethan oder Dioxan; Glykoläther, wie Monomethyl- oder Monoethylether des Ethylen- oder Propylenglykols, Diethylenglykolmonomethylether, Diethylenglykolmonoethylether, Butylglykol oder Methoxybutanol; Ketone, wie Aceton, Diethylketon, Methylisobutylketon, Methyläthylketon oder Cyclohexanon; aliphatische Säureamide, wie Formamid, Dimethylformamid oder N,N-Dimethylacetamid; Harnstoffderivate, wie Tetramethylharnstoff; oder cyclische Carbonsäureamide, wie N-Methylpyrrolidon, Valero- oder Caprolactam; Carbonsäure-C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-alkylester, wie Ameisensäurebutyl-

lester, Essigsäureethylester oder Propionsäurepropylester; oder Carbonsäure-C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-glykolester; oder Phthalsäure- oder Benzoesäure-C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-alkylester, wie Benzoessäureethylester; Nitrile, wie Acetonitril oder Benzonitril; aliphatische oder aromatische Kohlenwasserstoffe, wie Cyclohexan oder Benzol; oder durch Alkyl-, Alkoxy-, Nitro oder Halogen substituiertes Benzol, wie Toluol, Xylol, Ethylbenzol, Anisol, Nitrobenzol, Chlorbenzol, o-Dichlorbenzol, 1,2,4-Trichlorbenzol oder Brombenzol; oder andere substituierte Aromaten, wie Benzoessäure oder Phenol; aromatische Heterocyklen, wie Pyridin, Morpholin, Picolin oder Chinolin; sowie Dimethylsulfoxid und Sulfolan. Die genannten Lösemittel können auch als Mischungen eingesetzt werden.

**[0022]** Bevorzugte organische Lösemittel sind Alkohole mit 1 bis 6 C-Atomen, insbesondere Ethanol, Propanol, Butanol, Pentanol; aliphatische Carbonsäureamide, insbesondere Dimethylformamid oder N,N-Dimethylacetamid; cyclische Carbonsäureamide, insbesondere N-Methylpyrrolidon; aromatische Kohlenwasserstoffe, insbesondere Toluol, Xylol oder Ethylbenzol; aromatische Chlorkohlenwasserstoffe, insbesondere Chlorbenzol, o-Dichlorbenzol; und Dimethylsulfoxid.

**[0023]** Zweckmäßigerweise verwendet man 3 bis 40, bevorzugt 4 bis 20, insbesondere 5 bis 15, Gew.-Teile des flüssigen Mediums (Wasser, Lösemittel, Säure, Lauge) der Präpigmentsuspension auf 1 Gew.-Teil Präpigment.

**[0024]** Bei den Säuren handelt es sich beispielsweise um anorganische Säuren, wie z. B. Salzsäure, Phosphorsäure, und bevorzugt Schwefelsäure; oder um aliphatische oder aromatische Carbon- oder Sulfonsäuren, wie z. B. Ameisensäure, Essigsäure, Propionsäure, Buttersäure, Hexansäure, Oxalsäure, Benzoessäure, Phenyllessigsäure, Benzolsulfonsäure oder p-Toluolsulfonsäure, bevorzugt Essigsäure und Ameisensäure; oder um Gemische von Säuren.

**[0025]** Bei den Laugen handelt es sich beispielsweise um anorganische Basen wie z. B. Natronlauge, Kalilauge, Soda, Kaliumcarbonat und Calciumhydroxid, bevorzugt Natronlauge; oder um Gemische von Laugen; oder um Basen wie z. B. Trimethylamin, Triethylamin oder Ammoniak; oder um Salze von organischen Säuren wie z. B. Natriumacetat oder Natriumformiat.

**[0026]** Vor, während oder nach der erfindungsgemäßen Konditionierung können ein oder mehrere Hilfsmittel aus der Gruppe der Pigmentdispergatoren, Tenside, Füllstoffe, Stilmittel, Harze, Entschäumer, Antistaubmittel, Extender, Farbmittel zum Nuancieren, Konservierungsmittel, Trocknungsverzögerungsmittel und Additive zur Steuerung der Rheologie der (Prä)Pigmentsuspension zugesetzt werden.

**[0027]** Als Pigmentdispergatoren kommen die in der Literatur bekannten Derivate von organischen Pigmenten, die Imidazol-, Pyrazol-, Phthalimid-, Sulfonamid-, Aminomethylen-, cyclische Carbonsäureamid- oder Saccharin-Gruppen, oder Sulfonsäure- oder Carbonsäure-Gruppen oder deren Salze enthalten, in Betracht.

**[0028]** Als Tenside kommen anionische oder anionaktive, kationische oder kationaktive und nichtionische Substanzen oder Mischungen dieser Mittel in Betracht.

**[0029]** Als anionaktive Substanzen kommen beispielsweise Fettsäuretauride, Fettsäure-N-methyltauride, Fettsäureisethionate, Alkylphenylsulfonate, Alkyl-naphthalinsulfonate, Alkylphenolpolyglykolethersulfate, Fettalkoholpolyglykolethersulfate, Fettsäureamidpolyglykolethersulfate, Alkylsulfosuccinamate, Alkenylbernsteinsäurehalbester, Fettalkoholpolyglykolethersulfosuccinate, Alkansulfonate, Fettsäureglutamate, Alkylsulfosuccinate, Fettsäuresarkoside; Fettsäuren, z. B. Palmitin-, Stearin- und Ölsäure; Seifen, z. B. Alkalisalze von Fettsäuren, Naphthensäuren und Harzsäuren, z. B. Abietinsäure, alkalilösliche Harze, z. B.

kolophoniummodifizierte Maleinatharze und Kondensationsprodukte auf Basis von Cyanurchlorid, Taurin, N,N'-Diethylaminopropylamin und p-Phenylendiamin in Betracht. Besonders bevorzugt sind Harzseifen, d. h. Alkalisalze von Harzsäuren.

**[0030]** Als kationaktive Substanzen kommen beispielsweise quaternäre Ammoniumsalze, Fettaminoxalkylate, oxalkylierte Polyamine, Fettaminopolyglykolether, Fettamine, von Fettaminen oder Fettalkoholen abgeleitete Di- und Polyamine und deren Oxalkylate, von Fettsäuren abgeleitete Imidazole, und Salze dieser kationenaktiven Substanzen in Betracht.

**[0031]** Als nichtionogene Substanzen kommen beispielsweise Aminoxide, Fettalkoholpolyglykolether, Fettsäurepolyglykolester, Betaine, wie Fettsäureamid-N-propylbetaine, Phosphorsäureester von Fettalkoholen oder Fettalkoholpolyglykolethern, Fettsäureamidethoxylate, Fettalkohol-alkylenoxid-Addukte und Alkylphenolpolyglykolether in Betracht.

**[0032]** Die Gesamtmenge der zugegebenen Hilfsmittel kann 0 bis 40 Gew.-%, bevorzugt 0,5 bis 20 Gew.-%, besonders bevorzugt 1 bis 15 Gew.-%, bezogen auf (Prä)Pigment, betragen.

**[0033]** Im folgenden werden Präpigment, Wasser, Lösemittel, Säure, Lauge und Hilfsmittel zusammenfassend Einsatzstoffe genannt.

**[0034]** Zur erfindungsgemäßen Durchführung der Konditionierung werden die Einsatzstoffe einzeln oder als Mischungen in einen Mikroreaktor eingeleitet. Prinzipiell sind alle denkbaren Kombinationen der Einsatzstoffe möglich; dabei müssen die Materialströme technisch handhabbar sein.

**[0035]** Die Herstellung von Mischungen von Einsatzstoffen zu Materialströmen kann auch vorher in Mikromischern oder in vorgeschalteten Vermischungszonen stattfinden. Es können auch Einsatzstoffe in nachgeschalteten Vermischungszonen oder in nachgeschalteten Mikromischern oder -reaktoren zudosiert werden.

**[0036]** Die thermische Behandlung wird bei Drücken zwischen Normaldruck und 100 bar, bevorzugt zwischen Normaldruck und 25 bar, durchgeführt. Die Temperatur kann in weiten Bereichen liegen, bevorzugt zwischen 20 und 300°C, insbesondere zwischen 50 und 250°C, vor allem zwischen 60 und 200°C.

**[0037]** Die erfindungsgemäße Durchführung der thermischen Behandlung kann auch direkt anschließend an eine in einem Mikroreaktor durchgeführte Synthese eines organischen Pigments in einem nachgeschalteten Mikroreaktor stattfinden.

**[0038]** Die nach dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellten Pigmentsuspensionen werden nach bekannten Verfahren aufgearbeitet und das Pigment isoliert. Lösemittel können recycliert werden.

**[0039]** Ein Mikroreaktor ist aus mehreren aufeinandergestapelten und miteinander verbundenen Plättchen aufgebaut, auf deren Oberflächen sich mikromechanisch erzeugte Strukturen befinden, die in ihrem Zusammenwirken Räume bilden, um chemische Reaktionen auszuführen. Es ist wenigstens ein durch das System hindurchführender Kanal enthalten, der mit dem Einlass und dem Auslass verbunden ist.

**[0040]** Die Flussraten der Materialströme sind apparativ limitiert, beispielsweise durch die sich je nach geometrischer Auslegung des Mikroreaktors einstellenden Drücke. Es ist wünschenswert, dass die thermische Behandlung im Mikroreaktor vollständig abläuft, es kann sich aber auch eine Verweilzone anschließen, um eine gegebenenfalls erforderliche Verweilzeit zu schaffen.

**[0041]** Die Flussraten sind zweckmäßigerweise zwischen

0,05 ml/min und 5 l/min. bevorzugt zwischen 0,05 ml/min und 500 ml/min. besonders bevorzugt zwischen 0,05 ml/min und 250 ml/min. und insbesondere zwischen 0,1 ml/min und 100 ml/min.

**[0042]** Beispielhaft wird in **Fig. 1** ein für die Herstellung von organischen Pigmenten durch thermische Behandlung einsetzbarer Mikroreaktor beschrieben.

**[0043]** Das vorliegende Mikroreaktionssystem ist in diesem Fall ein aus sechs, aufeinander gestapelten und miteinander verbundenen mikrostrukturierten Blechlagen und je einer Deckelplatte (DP) und Bodenplatte (BP) aufgebautes verfahrenstechnisches Modul, das durch den Zusammenbau unter Druck gehalten oder fest verbunden wird, um Abdichtflächen zwischen den Platten zusammenzupressen. Das vorliegende Mikroreaktionssystem beinhaltet zwei Wärmetauscher für Kühl- und/oder Heizmedium, eine Mischzone für eine gegebenenfalls erforderliche Vermischung der Einsatzstoffe sowie eine kurze Verweilstrecke. Mit Hilfe des Wärmetauschers (W1) werden die in Platte (E) getrennt einströmenden Materialströme vortemperiert. In den Platten (M), die ein gemeinsames Volumen bilden, findet dann gegebenenfalls die Vermischung der Materialströme bzw. der Einsatzstoffe statt. In der Verweilzone (R) wird die Präpigment-suspension mit Hilfe des Wärmetauschers (W2) auf die vorstehend genannten Temperatur gebracht, so dass die thermische Behandlung stattfinden kann.

**[0044]** Ein Mikroreaktionssystem wird vorzugsweise kontinuierlich betrieben, wobei sich die im Mikroreaktor befindlichen Materialmengen im Mikro- (µl) bis Milliliter (ml)-Bereich bewegen.

**[0045]** Entscheidend für die thermische Behandlung von organischen Pigmenten in einem Mikroreaktionssystem sind die Dimensionen der mikrostrukturierten Bereiche innerhalb eines Reaktors. Diese müssen so dimensioniert sein, dass insbesondere Feststoffteilchen problemlos passieren können und so keine Verstopfung der Kanäle auftritt. Die kleinste lichte Weite der Mikrostrukturen ist vorteilhafterweise ca. zehnmal größer als der Durchmesser der größten Teilchen. Weiterhin wird durch entsprechende geometrische Gestaltung dafür gesorgt, dass keine Totvolumina, wie z. B. Sackgassen oder scharfe Ecken, in denen z. B. Teilchen sedimentieren können, vorhanden sind. Bevorzugt sind daher kontinuierliche Bahnen ohne Ecken oder mit abgerundeten Ecken. Die Strukturen müssen klein genug sein, um die immanenten Vorteile der Mikroreaktionstechnik auszunutzen, nämlich hervorragende Wärmekontrolle, laminare Schichtenströmung, diffusives Mischen und geringes internes Volumen.

**[0046]** Die lichte Weite der suspensionsführenden Kanäle beträgt zweckmäßigerweise 5 bis 10000 µm, vorzugsweise 5 bis 3000 µm, besonders bevorzugt 10 bis 800 µm, insbesondere 20 bis 700 µm.

**[0047]** Die lichte Weite der Wärmetauscherkanäle richtet sich in erster Linie nach der lichten Weite der suspensionsführenden Kanäle und ist zweckmäßigerweise kleiner oder gleich 10000 µm, vorzugsweise kleiner oder gleich 3000 µm, insbesondere kleiner oder gleich 800 µm. Die Untergrenze der lichten Weite der Wärmetauscherkanäle ist unkritisch und wird allenfalls durch den Druckanstieg der zu pumpenden Wärmetauscherflüssigkeit und von der Notwendigkeit der optimalen Wärmezufuhr oder -abfuhr begrenzt.

**[0048]** Die Dimensionen eines bevorzugt verwendeten, in **Fig. 1** beispielhaft dargestellten Mikroreaktionssystems sind:  
 Wärmetauscherstrukturen:  
 Kanalbreite: ~600 µm  
 Kanalhöhe: ~250 µm  
 Mischer:

Kanalbreite: ~600 µm

Kanalhöhe: ~500 µm.

[0049] Im beispielhaft beschriebenen Mikroreaktor-Typ werden die sechs aufeinanderliegenden und dicht miteinander verbundenen Blechlagen vorzugsweise von oben mit allen Wärmetauscherfluiden und Einsatzstoffen beschickt. Die Abfuhr der Pigmentsuspension und der Wärmetauscherfluide erfolgt vorzugsweise ebenfalls nach oben. Die eventuelle Zufuhr weiterer an der thermischen Behandlung beteiligter Einsatzstoffe (z. B. Wasser, Lösemittel, Säuren oder Laugen) kann auch über eine direkt vor oder nach dem Reaktor befindliche T-Verzweigung realisiert werden. Die Kontrolle der benötigten Konzentrationen und Flüsse wird vorzugsweise über Präzisionskolbenpumpen und einer computergesteuerten Regelung vorgenommen. Die Temperatur wird über integrierte Sensoren überwacht und mit Hilfe der Regelung und eines Thermostaten/Cryostaten gesteuert.

[0050] Das hier dargestellte System ist aus Edelstahl gefertigt; andere Materialien wie zum Beispiel Glas, Keramik, Silizium, Kunststoffe oder andere Metalle sind ebenso einsetzbar.

[0051] Es war überraschend und nicht vorhersehbar, dass die Konditionierung von organischen Pigmenten durch thermische Behandlung in dieser technisch einfachen und zuverlässigen Weise möglich ist, da bei einem Anfall von Feststoff im Mikroreaktor bislang davon ausgegangen wurde, dass das System verstopft.

[0052] Erfindungsgemäß hergestellte organische Pigmente eignen sich zum Pigmentieren von hochmolekularen natürlichen oder synthetischen organischen Materialien, wie beispielsweise Celluloseether und -ester, wie Ethylcellulose, Nitrocellulose, Celluloseacetat, Cellulosebutyrat, natürliche Harze oder Kunstharze, wie Polymerisationsharze oder Kondensationsharze, z. B. Aminoplaste, insbesondere Harnstoff- und Melamin-Formaldehydharze, Alkydharze, Acrylharze, Phenoplaste, Polycarbonate, Polyolefine, wie Polystyrol, Polyvinylchlorid, Polyethylen, Polypropylen, Polyacrylnitril, Polyacrylsäureester, Polyamide, Polyurethane oder Polyester, Gummi, Casein, Silikon und Silikonharze, einzeln oder in Mischungen.

[0053] Dabei spielt es keine Rolle, ob die erwähnten hochmolekularen organischen Verbindungen als plastische Massen, Schmelzen oder in Form von Spinnlösungen, Lacken, Anstrichstoffen oder Druckfarben vorliegen. Je nach Verwendungszweck erweist es sich als vorteilhaft, die erfindungsgemäß erhaltenen Pigmente als Blends oder in Form von Präparationen oder Dispersionen zu benutzen. Bezogen auf das zu pigmentierende, hochmolekulare organische Material setzt man die erfindungsgemäß hergestellten Pigmente in einer Menge von vorzugsweise 0,05 bis 30 Gew.-%, vorzugsweise 0,1 bis 15 Gew.-% ein.

[0054] Mit den nach dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellten Pigmenten können die technisch gängigen Einbrennlacke aus der Klasse der Alkyd-Melamin-Harzlacke, Acryl-Melamin-Harzlacke, Polyesterlacke, Highsolidacrylharzlacke, wässrige Lacke auf Polyurethanbasis sowie Zweikomponentenlacke auf Basis polyisocyanatvernetzbarer Acrylharze und insbesondere Automobil-Metallic-Lacke pigmentiert werden.

[0055] Die erfindungsgemäß konditionierten Pigmente sind auch geeignet als Farbmittel in elektrophotographischen Tonern und Entwicklern, wie z. B. Ein- oder Zweikomponentenpulvertönern (auch Ein- oder Zweikomponenten-Entwickler genannt), Magnettoner, Flüssigtoner, Polymerisationstoner sowie Spezialtoner. Typische Tonerbindemittel sind Polymerisations-, Polyadditions- und Polykondensationsharze, wie Styrol-, Styrolacrylat-, Styrolbutadien-, Acrylat-, Polyester-, Phenol-Epoxidharze, Polysulfone,

Polyurethane, einzeln oder in Kombination, sowie Polyethylen und Polypropylen, die noch weitere Inhaltsstoffe, wie Ladungssteuermittel, Wachse oder Fließhilfsmittel, enthalten können oder im Nachhinein mit diesen Zusätzen modifiziert werden:

[0056] Des weiteren sind die erfindungsgemäß konditionierten Pigmente geeignet als Farbmittel in Pulver und Pulverlacken, insbesondere in triboelektrisch oder elektrokinetisch versprühbaren Pulverlacken, die zur Oberflächenbeschichtung von Gegenständen aus beispielsweise Metall, Holz, Kunststoff, Glas, Keramik, Beton, Textilmaterial, Papier oder Kautschuk zur Anwendung kommen.

[0057] Als Pulverlackharze werden typischerweise Epoxidharze, carboxyl- und hydroxylgruppenhaltige Polyesterharze, Polyurethan- und Acrylharze zusammen mit üblichen Härtern eingesetzt. Auch Kombinationen von Harzen finden Verwendung. So werden beispielsweise häufig Epoxidharze in Kombination mit carboxyl- und hydroxylgruppenhaltigen Polyesterharzen eingesetzt. Typische Härterkomponenten (in Abhängigkeit vom Harzsystem) sind beispielsweise Säureanhydride, Imidazole sowie Dicyandiamid und deren Abkömmlinge, verkappte Isocyanate, Bisacylurethane, Phenol- und Melaminharze, Triglycidylisocyanurate, Oxazoline und Dicarbonsäuren.

[0058] Außerdem sind die erfindungsgemäß konditionierten Pigmente als Farbmittel in Ink-Jet Tinten auf wässriger und nichtwässriger Basis sowie in solchen Tinten, die nach dem hot-melt-Verfahren arbeiten, geeignet.

[0059] Darüber hinaus sind die erfindungsgemäß konditionierten Pigmente auch als Farbmittel für Farbfilter, sowohl für die subtraktive als auch für die additive Farberzeugung, geeignet.

[0060] Zur Beurteilung der Eigenschaften der nach der Erfindung konditionierten Pigmente auf dem Lacksektor wurden aus der Vielzahl der bekannten Lacke ein aromatenhaltiger Alkydmelaminharzlack (AM) auf Basis eines mittelöligen Alkydharzes und eines butanolveretherten Melaminharzes, ein High-Solid-Acrylharzeinbrennlack auf Basis einer nichtwässrigen Dispersion (HS) sowie ein wässriger Lack auf Polyurethanbasis (PUR) ausgewählt.

[0061] Die Bestimmung der Farbstärke und des Farbtons erfolgte nach DIN 55986. Die Rheologie des Mahlguts nach der Dispergierung (mill base-Rheologie) wurde anhand der folgenden fünfstufigen Skala bewertet:

- 5 dünnflüssig
- 4 flüssig
- 3 dickflüssig
- 2 leicht gestockt
- 1 gestockt.

[0062] Nach dem Verdünnen des Mahlguts auf die Pigmentendkonzentration wurde die Viskosität mit dem Viskospatel nach Rossmann, Typ 301 der Firma Erichsen beurteilt.

[0063] Glanzmessungen erfolgten an Folienaufgüssen unter einem Winkel von 20° nach DIN 67530 (ASTMD 523) mit dem "multigloss"-Glanzmeßgerät der Firma Byk-Malincrodt.

[0064] Die Bestimmung der Kristallphase der Pigmente erfolgte durch Röntgenspektroskopie. Die Aufnahme der Röntgenspektren erfolgte mit Cu K $\alpha$ -Strahlung. Die Röntgenbeugungsspektren sind in digitaler Form wiedergegeben.

[0065] Die relativen Intensitäten von starken Linien betragen 51–100%, von mittleren Linien 11–50% und von schwachen Linien 2–10%.

[0066] In den nachstehenden Beispielen beziehen sich Teile jeweils auf Gewichtsteile und Prozente jeweils auf Gewichtsprozente.

## Beispiel 1

[0067] 0,1 mol Aminoterephthalsäuredimethylester-Hydrochlorid werden bei 0 bis 10°C mit Natriumnitrit diazotiert. Die geklärte Diazoniumsalzlösung wird bei Raumtemperatur in 1 Stunde zu einer acetatgepufferten Suspension von 0,1 mol N-Acetoacetyl-6-methoxy-7-amino-chinoxalin-2,3-dion in Gegenwart eines Tensids, z. B. <sup>®</sup>Lutensol AT 25, zugetropft. Sobald die Kupplung beendet ist, wird auf 96°C geheizt, filtriert und salzfrei gewaschen. Der feuchte Presskuchen wird bei 80°C getrocknet und man erhält Präpigment C.I. Pigment Yellow 213.

[0068] 150 Teile Präpigment C.I. Pigment Yellow 213 werden in 1850 Teilen N-Methylpyrrolidon suspendiert und über eine kalibrierte Kolbenpumpe in den Eingang des Mikroreaktors mit einer Flußrate von 6 ml/min gepumpt. Dort wird die Suspension auf 180°C erhitzt. Die aus dem Reaktor austretende Reaktionssuspension wird filtriert, der Presskuchen mit N-Methylpyrrolidon gewaschen und unter Vakuum getrocknet.

## Patentansprüche

1. Verfahren zur Konditionierung von organischen Pigmenten, **dadurch gekennzeichnet**, dass man eine flüssige Präpigmentsuspension in einem Mikroreaktor thermisch behandelt.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die flüssige Präpigmentsuspension kontinuierlich in den Mikroreaktor eingeleitet wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass eine Perylen-, Perinon-, Chinacridon-, Chinacridonchinon-, Anthrachinon-, Anthanthron-, Benimidazol-, Disazokondensations-, Azo-, Indanthron-, Phthalocyanin-, Triarylcarbonium-, Dioxazin-, Aminoanthrachinon-, Diketopyrrolopyrrol-, Thioindigo-, Thiazinindigo-, Isoindolin-, Isoindolinon-, Pyranthron- oder Isoviolanthron-Präpigmentsuspension oder eine Mischung davon thermisch behandelt wird.
4. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass eine Präpigmentsuspension von C.I. Pigment Red 123 (C.I. No. 71 145), C.I. Pigment Red 149 (C.I. No. 71 137), C.I. Pigment Red 178 (C.I. No. 71 155), C.I. Pigment Red 179 (C.I. No. 71 130), C.I. Pigment Red 190 (C.I. No. 71 140), C.I. Pigment Red 224 (C.I. No. 71 127), C.I. Pigment Violet 29 (C.I. No. 71 129), C.I. Pigment Orange 43 (C.I. No. 71 105), C.I. Pigment Red 194 (C.I. No. 71 100), C.I. Pigment Violet 19 (C.I. No. 73 900), C.I. Pigment Red 122 (C.I. No. 73 915), C.I. Pigment Red 192, C.I. Pigment Red 202 (C.I. No. 73 907), C.I. Pigment Red 207, C.I. Pigment Red 209 (C.I. No. 73 905), C.I. Pigment Red 206 (C.I. No. 73 900/73 920), C.I. Pigment Orange 48 (C.I. No. 73 900/73 920), C.I. Pigment Orange 49 (C.I. No. 73 900/73 920), C.I. Pigment Orange 42, C.I. Pigment Yellow 147, C.I. Pigment Red 168 (C.I. No. 59 300), C.I. Pigment Yellow 120 (C.I. No. 11 783), C.I. Pigment Yellow 151 (C.I. No. 13 980), C.I. Pigment Brown 25 (C.I. No. 12510), C.I. Pigment Violet 32 (C.I. No. 12 517), C.I. Pigment Orange 64; C.I. Pigment Brown 23 (C.I. No. 20 060), C.I. Pigment Red 166 (C.I. No. 20 730), C.I. Pigment Red 170 (C.I. No. 12 475), C.I. Pigment Orange 38 (C.I. No. 12 367), C.I. Pigment Red 188 (C.I. No. 12 467), C.I. Pigment Red 187 (C.I. No. 12 486), C.I. Pigment Orange 34 (C.I. No. 21 115), C.I. Pigment Orange 13 (C.I. No. 21 110), C.I. Pigment Red 9 (C.I. No. 12 460), C.I. Pigment Red

2 (C.I. No. 12 310), C.I. Pigment Red 112 (C.I. No. 12 370), C.I. Pigment Red 7 (C.I. No. 12 420), C.I. Pigment Red 210 (C.I. No. 12 477), C.I. Pigment Red 12 (C.I. No. 12 385), C.I. Pigment Blue 60 (C.I. No. 69 800), C.I. Pigment Green 7 (C.I. No. 74 260), C.I. Pigment Green 36 (C.I. No. 74 265); C.I. Pigment Blue 15 : 1, 15 : 2, 15 : 3, 15 : 4, 15 : 6 und 15 (C.I. No. 74 160); C.I. Pigment Blue 56 (C.I. No. 42 800), C.I. Pigment Blue 61 (C.I. No. 42 765 : 1), C.I. Pigment Violet 23 (C.I. No. 51 319), C.I. Pigment Violet 37 (C.I. No. 51 345), C.I. Pigment Red 177 (C.I. No. 65 300), C.I. Pigment Red 254 (C.I. No. 56 110), C.I. Pigment Red 255 (C.I. No. 56 1050), C.I. Pigment Red 264, C.I. Pigment Red 270, C.I. Pigment Red 272 (C.I. No. 56 1150), C.I. Pigment Red 71, C.I. Pigment Orange 73, C.I. Pigment Red 88 (C.I. No. 73 312) C.I. Pigment Yellow 175 (C.I. No. 11 784), C.I. Pigment Yellow 154 (C.I. No. 11 781), C.I. Pigment Yellow 83 (C.I. No. 21 108), C.I. Pigment Yellow 180 (C.I. No. 21 290), C.I. Pigment Yellow 181 (C.I. No. 11 777), C.I. Pigment Yellow 74 (C.I. No. 11 741), C.I. Pigment Yellow 213, C.I. Pigment Orange 36 (C.I. No. 11 780), C.I. Pigment Orange 62 (C.I. No. 11 775), C.I. Pigment Orange 72, C.I. Pigment Red 48 : 2/3/4 (C.I. No. 15 865 : 2/3/4), C.I. Pigment Red 53 : 1 (C.I. No. 15 585 : 1), C.I. Pigment Red 208 (C.I. No. 12 514), C.I. Pigment Red 185 (C.I. No. 12 516), C.I. Pigment Red 247 (C.I. No. 15 915) oder eine Mischung davon thermisch behandelt wird.

5. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass die Präpigmentsuspension im wesentlichen aus einem Präpigment, sowie aus einem flüssigen Medium, bestehend im wesentlichen aus Wasser, einem oder mehreren organischen Lösemitteln, einer Säure, einer Lauge oder aus einer Mischung davon, besteht.

6. Verfahren nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, dass die Präpigmentsuspension pro Gewichtsteil Präpigment 3 bis 40 Gewichtsteile, vorzugsweise 4 bis 20 Gewichtsteile, des flüssigen Mediums enthält.

7. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass die thermische Behandlung bei einer Temperatur zwischen 20 und 300°C, vorzugsweise zwischen 50 und 250°C, durchgeführt wird.

8. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass die thermische Behandlung bei einem Druck zwischen Normaldruck und 100 bar durchgeführt wird.

9. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass die Flussrate der eingeleiteten flüssigen Präpigmentsuspension und die Temperatur der thermischen Behandlung über im Mikroreaktor integrierte Sensoren und Regelkreise erfasst und kontrolliert werden.

10. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, dass das Präpigment, das als flüssige Präpigmentsuspension in einem Mikroreaktor thermisch behandelt wird, in einem Mikroreaktor hergestellt wurde.

---

Hierzu 1 Seite(n) Zeichnungen

---

- Leerseite -



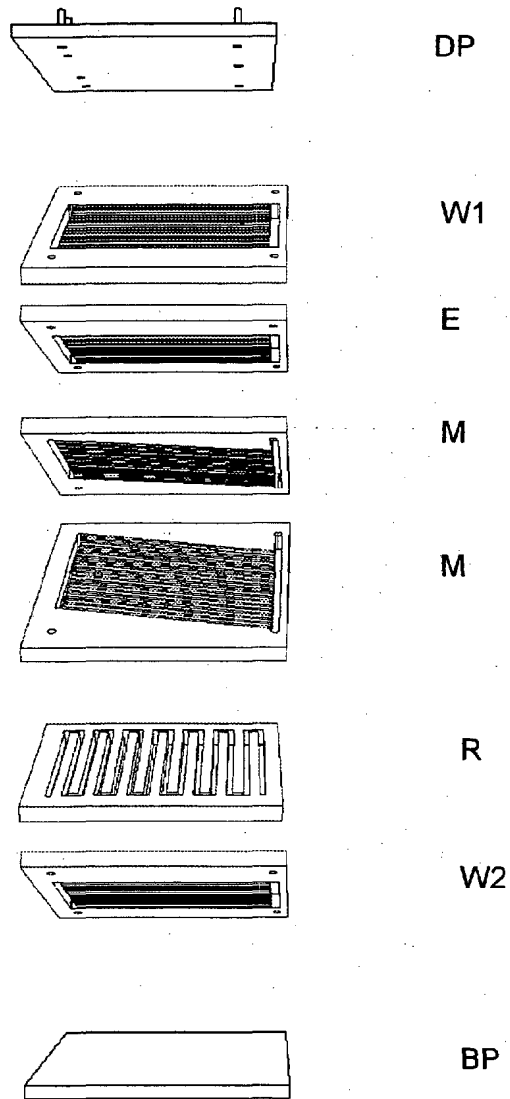


Fig. 1



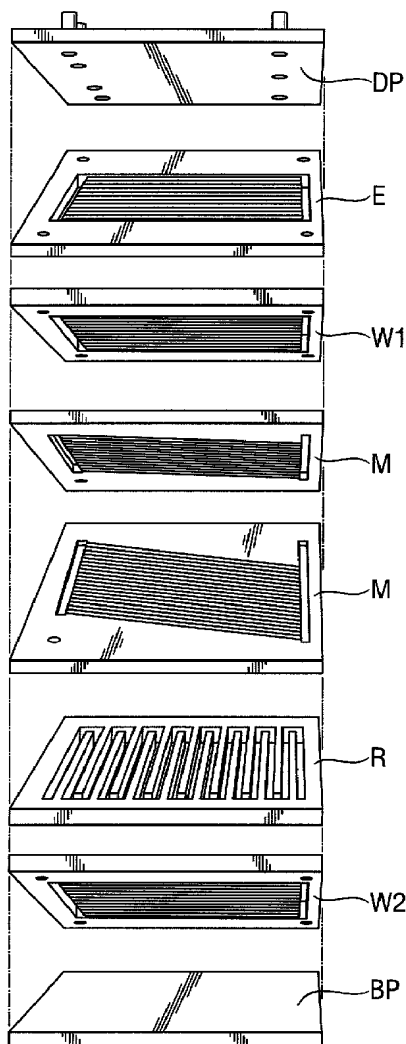
US 20020014179A1

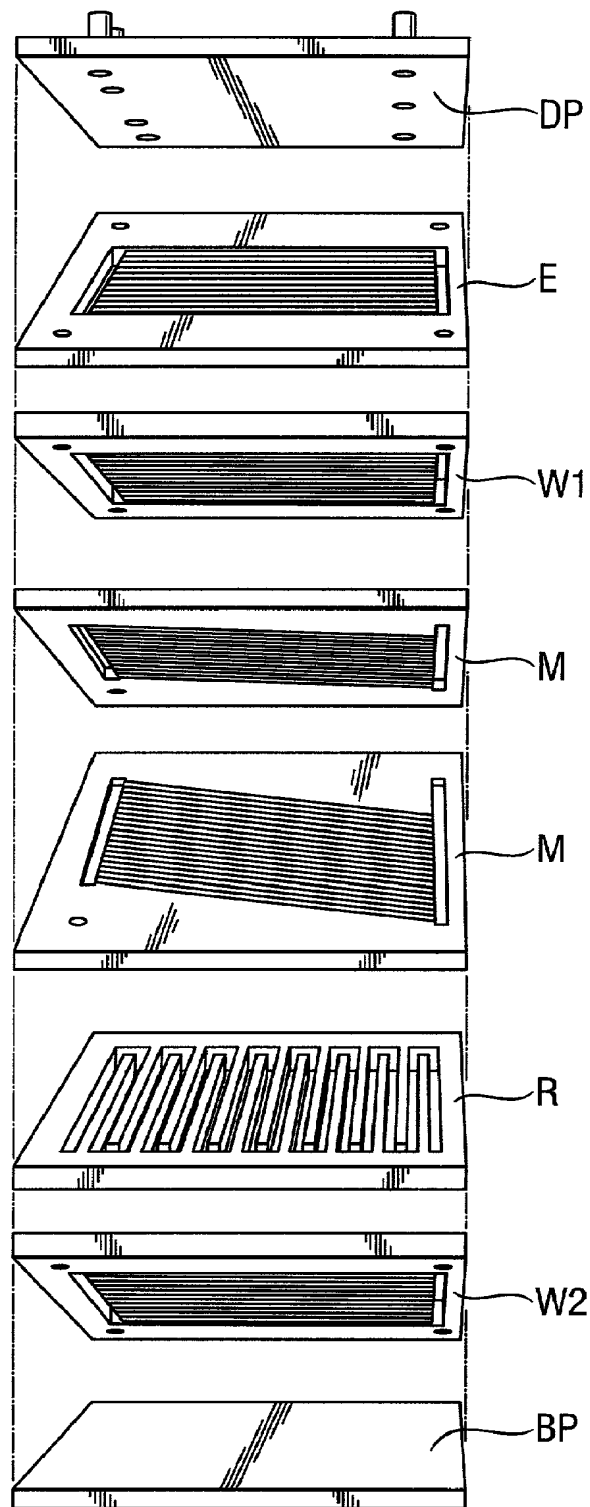
(19) **United States**(12) **Patent Application Publication**  
**Nickel et al.**(10) **Pub. No.: US 2002/0014179 A1**(43) **Pub. Date: Feb. 7, 2002**(54) **CONDITIONING OF ORGANIC PIGMENTS**(22) Filed: **Jun. 27, 2001**(75) Inventors: **Uwe Nickel**, Bad Homburg (DE);  
**Klaus Kund**, Langenscheid (DE);  
**Erwin Dietz**, Konigstein (DE);  
**Joachim Weber**, Frankfurt am Main  
(DE); **Olaf Schupp**, Frankfurt am Main  
(DE)(30) **Foreign Application Priority Data**

Jun. 28, 2000 (DE)..... 10031558.5

**Publication Classification**(51) **Int. Cl.<sup>7</sup>** ..... **C09D 11/00**(52) **U.S. Cl.** ..... **106/31.28**

Correspondence Address:

**Clariant Corporation****Industrial Property Department****4331 Chesapeake Drive****Charlotte, NC 28216 (US)**(57) **ABSTRACT**(73) Assignee: **Clariant International Ltd.**(21) Appl. No.: **09/892,588**Organic pigments are conditioned by introducing a liquid  
prepigment suspension into a miniaturized continuous reac-  
tor and thermally treating therein.



***Fig. 1***

## CONDITIONING OF ORGANIC PIGMENTS

### BACKGROUND OF THE INVENTION

[0001] The present invention describes a process for conditioning organic pigments in microreactors.

[0002] Organic pigments are well known and widely used for pigmenting macro-molecular organic materials such as paints, plastics or printing inks. As synthesized, they are usually either very fine prepigments or coarse crude pigments, which do not meet industrial requirements. Finely divided prepigments frequently have to be subjected to a thermal treatment to obtain the required properties. Coarsely divided crude pigments are frequently subjected to comminution, which usually has to be followed by thermal treatment in order that pigments meeting the industrial requirements may be obtained.

[0003] The thermal treatment may produce various desired effects, for example narrow the particle size distribution; shift the average particle size to higher values; deagglomerate as-ground comminuted and strongly agglomerated pigments; add auxiliaries and distribute them homogeneously over the pigment surface; and effect a change between various crystal forms in some cases. These effects then lead to the desired industrial requirements, for example the desired hue, increased color strength or cleanness of hue, improved dispersibility, rheology, lightfastness, gloss or weatherfastness, or control over light scattering properties and hence over the hiding power.

[0004] Literature discloses thermal treatment processes for a wide variety of organic pigments:

[0005] DE-A-12 61 106 discloses a batch process for thermal treatment of substituted quinaclidone pigments by heating the crude pigments in solvents under pressure.

[0006] EP-A-0 318 022 discloses a batch process for producing a hiding dimethyl-perylimide pigment where the hiding power is provided by thermal treatment.

[0007] EP-A-0 672 729 discloses a batch process for producing a hiding diketopyrrolo-pyrrole pigment where the hiding power is provided by thermal treatment.

[0008] EP-A-0 655 485 and EP-A-0 799 863 disclose batch processes for producing quinaclidone pigments where the transformation from the alpha-phase to the beta-phase is effected by thermal treatment with an organic solvent and in the presence of aqueous alkali.

[0009] Batch processes are known for producing an azo pigment where a thermal treatment is carried out in an aqueous medium (EP-A-0 077 025) or in organic solvents

[0010] (EP-A-0 894 831).

[0011] A feature common to these batch processes is the need to control the process parameters. For example, temperature and duration of the thermal treatment, suspension concentration, use of solvents or presence of acids or bases are decisive for the color properties of the pigments obtained and their quality constancy. Moreover, the scaleup of new products from the laboratory scale to the large industrial scale is inconvenient with batch processes and can present problems, since for example vessel and stirrer geometries or heat transfers have a substantial effect on particle size, particle size distribution and color properties.

[0012] It is an object of the present invention to provide an environmentally friendly, economical and technically reliable process for preparing organic pigments by thermal treatment that provides very constant adherence to the desired process parameters and simplifies scaleup.

[0013] It is known to carry out certain chemical reactions in microreactors. Micro-reactors are constructed from stacks of grooved plates and are described in DE 39 26 466 C2 and U.S. Pat. No. 5,534,328. It is pointed out in U.S. Pat. No. 5,811,062 that microchannel reactors are preferably used for reactions that do not require or produce materials or solids that would clog the microchannels.

### SUMMARY OF THE INVENTION

[0014] It has now been found, that, surprisingly, microreactors are useful for conditioning organic pigments by thermal treatment of their prepigment suspensions.

[0015] As used herein, the term "microreactor" is representative of miniaturized, preferably continuous, reactors which are known under the terms of microreactor, minireactor, micromixer or minimixer and which differ by reason of the dimensions and construction of the channel structures. It is possible to use, for example, microreactors as known from the cited references or from publications of the Institut fuer Mikrotechnik Mainz GmbH, Germany, or of the Fraunhofer Institut für Chemische Technologie, Pfaffzettel, or else commercially available microreactors, for example Selecto™ (based on Cytos™) from Cellular Process Chemistry GmbH, Frankfurt/Main.

[0016] The invention accordingly provides a process for conditioning organic pigments, which comprises thermally treating a liquid prepigment suspension in a microreactor.

[0017] Advantageously, the prepigment suspension is fed to the microreactor continuously. The conventional sequence of adding prepigment suspension, water, organic solvents, acids and/or bases can be realized; similarly, the auxiliaries used in conventional processes may likewise be used in the process of the invention.

[0018] Useful organic pigments include, for example perylene, perinone, quinaclidone, quinaclidonequinone, anthraquinone, anthanthrone, benzimidazolone, disazo condensation, azo, indanthrone, phthalocyanine, triarylcarbonium, dioxazine, aminoanthraquinone, diketopyrrolopyrrole, thioindigo, thiazineindigo, isoindoline, isoindolinone, pyranthrone or isoviolanthrone pigments or mixtures thereof.

### DESCRIPTION OF THE DRAWINGS

[0019] FIG. 1 is an exploded view of a microreactor useful for the preparation of organic pigments by thermal treatment, according to the present invention.

### DESCRIPTION OF THE PREFERRED EMBODIMENTS

[0020] Preferred organic pigments for the purposes of the present invention include for example C.I. Pigment Red 123 (C.I. No. 71 145), C.I. Pigment Red 149 (C.I. No. 71 137), C.I. Pigment Red 178 (C.I. No. 71 155), C.I. Pigment Red 179 (C.I. No. 71 130), C.I. Pigment Red 190 (C.I. 71 140), C.I. Pigment Red 224 (C.I. No. 71 127), C.I. Pigment Violet

29 (C.I. No. 71 129), C.I. Pigment Orange 43 (C.I. No. 71 105), C.I. Pigment Red 194 (C.I. No. 71 100), C.I. Pigment Violet 19 (C.I. No. 73 900), C.I. Pigment Red 122 (C.I. No. 73 915), C.I. Pigment Red 192, C.I. Pigment Red 202 (C.I. No. 73 907), C.I. Pigment Red 207, C.I. Pigment Red 209 (C.I. No. 73 905), C.I. Pigment Red 206 (C.I. No. 73 900/73 920), C.I. Pigment Orange 48 (C.I. No. 73 900/73 920), C.I. Pigment Orange 49 (C.I. No. 73 900/73 920), C.I. Pigment Orange 42, C.I. Pigment Yellow 147, C.I. Pigment Red 168 (C.I. No. 59 300), C.I. Pigment Yellow 120 (C.I. No. 11 783), C.I. Pigment Yellow 151 (C.I. No. 13 980), C.I. Pigment Brown 25 (C.I. No. 12 510), C.I. Pigment Violet 32 (C.I. No. 12 517), C.I. Pigment Orange 64, C.I. Pigment Brown 23 (C.I. No. 20 060), C.I. Pigment Red 166 (C.I. No. 20 730), C.I. Pigment Red 170 (C.I. No. 12 475), C.I. Pigment Orange 38 (C.I. No. 12 367), C.I. Pigment Red 188 (C.I. No. 12 467), C.I. Pigment Red 187 (C.I. No. 12 486), C.I. Pigment Orange 34 (C.I. No. 21 115), C.I. Pigment Orange 13 (C.I. No. 21 110), C.I. Pigment Red 9 (C.I. No. 12 460), C.I. Pigment Red 2 (C.I. No. 12 310), C.I. Pigment Red 112 (C.I. No. 12 370), C.I. Pigment Red 7 (C.I. No. 12 420), C.I. Pigment Red 210 (C.I. No. 12 477), C.I. Pigment Red 12 (C.I. No. 12 385), C.I. Pigment Blue 60 (C.I. No. 69 800), C.I. Pigment Green 7 (C.I. No. 74 260), C.I. Pigment Green 36 (C.I. No. 74 265), C.I. Pigment Blue 15:1,15:2, 15:3,15:4,15:6 and 15 (C.I. No. 74 160), C.I. Pigment Blue 56 (C.I. No. 42 800), C.I. Pigment Blue 61 (C.I. No. 42 765:1), C.I. Pigment Violet 23 (C.I. No. 51 319), C.I. Pigment Violet 37 (C.I. No. 51 345), C.I. Pigment Red 177 (C.I. No. 65 300), C.I. Pigment Red 254 (C.I. No. 56 110), C.I. Pigment Red 255 (C.I. No. 56 1050), C.I. Pigment Red 264, C.I. Pigment Red 270, C.I. Pigment Red 272 (C.I. No. 56 1150), C.I. Pigment Red 71, C.I. Pigment Orange 73, C.I. Pigment Red 88 (C.I. No. 73 312), C.I. Pigment Yellow 175 (C.I. No. 11 784), C.I. Pigment Yellow 154 (C.I. No. 11 781), C.I. Pigment Yellow 83 (C.I. No. 21 108), C.I. Pigment Yellow 180 (C.I. No. 21 290), C.I. Pigment Yellow 181 (C.I. No. 11 777), C.I. Pigment Yellow 74 (C.I. No. 11 741), C.I. Pigment Yellow 213, C.I. Pigment Orange 36 (C.I. No. 11 780), C.I. Pigment Orange 62 (C.I. No. 11 775), C.I. Pigment Orange 72, C.I. Pigment Red 48:2/3/4 (C.I. No. 15 865:2/3/4), C.I. Pigment Red 53:1 (C.I. No. 15 585:1), C.I. Pigment Red 208 (C.I. No. 12 514), C.I. Pigment Red 185 (C.I. No. 12 516), C.I. Pigment Red 247 (C.I. No. 15 915).

[0021] It is also possible to use more than one organic pigment or solid solutions of organic pigments or combinations of organic with inorganic pigments.

[0022] The liquid phase of the prepigment suspension can consist of water, organic solvents, acids, bases or of a mixture of individual or all of these substances.

[0023] Useful organic solvents include for example alcohols of 1 to 10 carbon atoms, such as methanol, ethanol, n-propanol, isopropanol, n-butanol, sec-butanol, tert-butanol, n-pentanol, 2-methyl-2-butanol, 2-methyl-2-pentanol, 3-methyl-3-pentanol, 2-methyl-2-hexanol, 3-ethyl-3-pentanol, 2,4,4-trimethyl-2-pentanol, cyclohexanol; or glycols, such as ethylene glycol, diethylene glycol or glycerol; ethers, such as tetrahydrofuran, dimethoxyethane or dioxane; glycol ethers, such as monomethyl or monoethyl ethers of ethylene glycol or propylene glycol, diethylene glycol monomethyl ether, diethylene glycol monoethyl ether, butylglycol or methoxybutanol; ketones, such as acetone, diethyl ketone, methyl isobutyl ketone, methyl ethyl ketone

or cyclohexanone; aliphatic amides, such as formamide, dimethylformamide or N,N-dimethylacetamide; urea derivatives, such as tetramethylurea; or cyclic carboxamides, such as N-methylpyrrolidone, valerolactam or caprolactam; C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-alkyl carboxylates, such as butyl formate, ethyl acetate or propyl propionate; or C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-glycol esters of carboxylic acids; or C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-alkyl phthalates or benzoates, such as ethyl benzoate; nitriles, such as acetonitrile or benzonitrile; aliphatic or aromatic hydrocarbons, such as cyclohexane or benzene; or alkyl-, alkoxy-, nitro- or halogen-substituted benzene, such as toluene, xylenes, ethylbenzene, anisole, nitrobenzene, chlorobenzene, o-dichlorobenzene, 1,2,4-trichlorobenzene or bromobenzene; or other substituted aromatics, such as benzoic acid or phenol; aromatic heterocycles, such as pyridine, morpholine, picoline or quinoline; and also dimethyl sulfoxide and sulfolane. The solvents mentioned may also be used as mixtures.

[0024] Preferred organic solvents are alcohols of 1 to 6 carbon atoms, especially ethanol, propanols, butanols, pentanols; aliphatic carboxamides, especially dimethylformamide or N,N-dimethylacetamide; cyclic carboxamides, especially N-methylpyrrolidone; aromatic hydrocarbons, especially toluene, xylenes or ethylbenzene; chlorinated aromatic hydrocarbons, especially chlorobenzene, o-dichlorobenzene; and dimethyl sulfoxide.

[0025] It is advantageous to use 3 to 40, preferably 4 to 20, especially 5 to 15, parts by weight of the liquid medium (water, solvent, acid, base) of the prepigment suspension per 1 part by weight of prepigment.

[0026] Useful acids include for example inorganic acids, for example hydrochloric acid, phosphoric acid and preferably sulfuric acid; or aliphatic and aromatic carboxylic or sulfonic acids, such as formic acid, acetic acid, propionic acid, butyric acid, hexanoic acid, oxalic acid, benzoic acid, phenylacetic acid, benzenesulfonic acid or p-toluenesulfonic acid, preferably acetic acid and formic acid; or mixtures of acids.

[0027] Useful bases includes, for example, inorganic bases such as, for example, sodium hydroxide, potassium hydroxide, sodium carbonate, potassium carbonate and calcium hydroxide, preferably sodium hydroxide; or mixtures of bases; or bases such as, for example, trimethylamine, triethylamine or ammonia; or salts of organic acids such as, for example, sodium acetate or sodium formate.

[0028] The conditioning according to the invention may be preceding, accompanied or followed by the addition to the (pre)pigment suspension of one or more auxiliaries selected from the group consisting of pigment dispersants, surfactants, fillers, standardizers, resins, defoamers, dust-proofers, extenders, shading colorants, preservatives, drying retarders and rheology control additives.

[0029] Useful pigment dispersants include the literature-known derivatives of organic pigments which contain imidazole, pyrazole, phthalimide, sulfonamide, aminomethylene, cyclic carboxamide or saccharin groups or sulfonic acid or carboxylic acid groups or salts thereof.

[0030] Useful surfactants include anionic, cationic or non-ionic substances or mixtures thereof.

[0031] Useful anionic substances include for example fatty acid taurides, fatty acid N-methyltaurides, fatty acid

isethionates, alkylphenylsulfonates, alkyl-naphthalene-sulfonates, alkylphenol polyglycol ether sulfates, fatty alcohol polyglycol ether sulfates, fatty acid amidepolyglycol ether sulfates, alkyl sulfosuccinamates, alkenylsuccinic monoesters, fatty alcohol polyglycol ether sulfosuccinates, alkane-sulfonates, fatty acid glutamates, alkyl sulfosuccinates, fatty acid sarcosides; fatty acids, for example palmitic, stearic and oleic acid; soaps, for example alkali metal salts of fatty resins, naphthenic acids and resin acids, for example abietic acid, alkali-soluble resins, for example rosin-modified maleate resins and condensation products based on cyanuric chloride, taurine, N,N'-diethylamino-propylamine and p-phenylenediamine. Particular preference is given to resin soaps, i.e. alkali metal salts of resin acids.

[0032] Useful cationic substances include for example quaternary ammonium salts, fatty amine alkoxylates, alkoxylated polyamines, fatty amine polyglycol ethers, fatty amines, di- and polyamines derived from fatty amines and fatty alcohols and alkoxylates derived from these di- and polyamines, imidazolines derived from fatty acids and salts of these cationic substances.

[0033] Useful nonionic substances include for example amine oxides, fatty alcohol polyglycol ethers, fatty acid polyglycol esters, betaines, such as fatty acid amide N-propylbetaines, phosphoric esters of fatty alcohols or fatty alcohol polyglycol ethers, fatty acid amide ethoxylates, fatty alcohol-alkylene oxide adducts and alkylphenol polyglycol ethers.

[0034] The total amount of auxiliaries added may be in the range from 0 to 40% by weight, preferably from 0.5 to 20% by weight, particularly preferably from 1 to 15% by weight, based on (pre)pigment.

[0035] In what follows, prepigment, water, solvent, acid, base and auxiliary are collectively referred to as feedstocks.

[0036] To carry out the conditioning according to the invention, the feedstocks are introduced into a microreactor individually or as mixtures. In principle all conceivable combinations of the feedstocks are possible, provided the streams are industrially handleable.

[0037] The preparation of mixtures of feedstocks to form streams may also be carried out in advance in micromixers or upstream mixing zones. It is also possible for feedstocks to be metered into downstream mixing zones or into downstream micromixers or -reactors.

[0038] The thermal treatment is carried out at pressures between atmospheric pressure and 100 bar, preferably between atmospheric pressure and 25 bar. The temperature can vary within wide limits, preferably between 20 and 300° C., especially between 50 and 250° C., in particular between 60 and 200° C.

[0039] The thermal treatment according to the invention can also take place immediately following a microreactor synthesis of an organic pigment, in a downstream reactor.

[0040] The pigment suspensions prepared by the process of the invention are worked up according to known processes to isolate the pigment. Solvents may be recycled.

[0041] A microreactor is constructed from a plurality of laminae which are stacked and bonded together and whose surfaces bear micromechanically created structures which

interact to form spaces for chemical reactions. The system contains at least one continuous channel connected to the inlet and the outlet.

[0042] The flow rates of the streams are limited by the apparatus, for example by the pressures which result depending on the geometry of the microreactor. It is desirable for the thermal treatment to take place completely in the microreactor, but it is also possible to adjoin a delay zone to create a delay time that may be required.

[0043] The flow rates are advantageously between 0.05 ml/min and 5 l/min, preferably between 0.05 ml/min and 500 ml/min, particularly preferably between 0.05 ml/min and 250 ml/min, especially between 0.1 ml/min and 100 ml/min.

[0044] A microreactor useful for the preparation of organic pigments by thermal treatment is described in FIG. 1 by way of example. The present microreaction system is in this case constructed from six microstructured metal laminae, stacked and bonded together, plus a lid plate (DP) and a base plate (BP) to form a processing module that is firmly held bonded together to compress sealing sheets between the plates.

[0045] The present microreaction system includes two heat exchangers for cooling and/or heating medium, a mixing zone for any necessary mixing of the feedstocks and a short delay zone. The heat exchanger (W1) preheats the streams flowing separately into the plate (E). The streams or feedstocks are then mixed within plates (M), which form a conjoint space. The delay zone (R) brings the prepigment suspension to the desired reaction temperature with the aid of the heat exchanger (W2), so that the thermal treatment can take place.

[0046] A microreaction system is preferably operated continuously, and the quantities of materials present in the microreactor are in the microliter ( $\mu$ l) to milliliter (ml) range.

[0047] The dimensions of the microstructured regions within the reactor are decisive for the thermal treatment of organic pigments. These dimensions have to be sufficiently large that, in particular, solid particles can pass through without problem and so not clog up the channels. The smallest clear width of the microstructures should be about ten times larger than the diameter of the largest particles. Furthermore, it has to be ensured, by appropriate geometric styling, that there are no dead water zones, for example dead ends or sharp corners, where for example particles could sediment. Preference is therefore given to continuous paths having round corners. The structures have to be sufficiently small to exploit the intrinsic advantages of microreaction technology, namely excellent heat control, laminar flow, diffuse mixing and low internal volume.

[0048] The clear width of the suspension-ducting channels is advantageously 5 to 10 000  $\mu$ m, preferably 5 to 3 000  $\mu$ m, particularly preferably 10 to 800  $\mu$ m, especially 20 to 700  $\mu$ m.

[0049] The clear width of the heat exchanger channels depends primarily on the clear width of the suspension-ducting channels and is advantageously not more than 10 000  $\mu$ m, preferably not more than 3 000  $\mu$ m, especially not more than 800  $\mu$ m. The lower limit of the clear width of the heat exchanger channels is uncritical and is at most con-

strained by the pressure increase of the heat exchanger fluid to be pumped and by the necessity for optimum heat supply or removal.

**[0050]** The dimensions of a preferred microreaction system depicted in **FIG. 1** by way of example are:

|                            |                |                    |
|----------------------------|----------------|--------------------|
| Heat exchanger structures: | channel width  | ~600 $\mu\text{m}$ |
|                            | channel height | ~250 $\mu\text{m}$ |
| Mixer:                     | channel width  | ~600 $\mu\text{m}$ |
|                            | channel height | ~500 $\mu\text{m}$ |

**[0051]** In the microreactor type described by way of example, the six superposed and closely conjoined metal laminae are preferably supplied with all heat exchanger fluids and feedstocks from above. The pigment suspension and the heat exchanger fluids are preferably removed upwardly. The possible supply of further feedstocks (e.g. water, solvent, acids or bases) involved in the thermal treatment may also be realized via a T-junction located directly upstream or downstream of the reactor. The requisite concentrations and flows are preferably controlled via precision piston pumps and a computer-controlled control system. The temperature is monitored by integrated sensors and controlled with the aid of the control system and of a thermostat/cryostat.

**[0052]** The system depicted here is made of stainless steel; other materials, for example glass, ceramic, silicon, plastics or other metals, may also be used. It is surprising and was unforeseeable that the conditioning of organic pigments by thermal treatment is possible in this technically simple and reliable manner, since it was hitherto assumed that the production of a solid material in the microreactor would lead to the system being clogged up.

**[0053]** Organic pigments prepared according to the invention are useful for pigmenting macromolecular natural or synthetic organic materials, for example cellulose ethers and esters, such as ethylcellulose, nitrocellulose, cellulose acetate, cellulose butyrate, natural resins or synthetic resins, such as addition polymerization resins or condensation resins, for example amino resins, especially urea- and melamine-formaldehyde resins, alkyd resins, acrylic resins, phenolic resins, polycarbonates, polyolefins, such as polystyrene, polyvinyl chloride, polyethylene, polypropylene, polyacrylonitrile, polyacrylic esters, polyamides, polyurethanes or polyesters, gum, casein, silicone and silicon resins, individually or mixed.

**[0054]** It is immaterial in this connection whether the macromolecular organic compounds mentioned are present as plastically deformable masses, melts or in the form of spinning solutions, paints, coatings or printing inks. Depending on the intended use, it is comparatively advantageous to use the pigments obtained according to the invention as blends or in the form of preparations or dispersions. Based on the macromolecular organic material to be pigmented, the pigments prepared according to the invention are used in an amount of preferably 0.05 to 30% by weight, preferably 0.1 to 15% by weight.

**[0055]** The pigments prepared according to the process of the invention can be used to pigment the industrially common baking finishes from the class of the alkyd-melamine

resin coatings, acrylic-melamine resin coatings, polyester coatings, high solids acrylic resin coatings, aqueous coatings based on polyurethane and also two-component coatings based on polyisocyanate-crosslinkable acrylic resins and especially automotive metallic coatings.

**[0056]** The pigments conditioned according to the invention are also useful as colorants in electrophotographic toners and developers, for example one- or two-component powder toners (also known as one- or two-component developers), magnetic toners, liquid toners, polymerization toners and also specialty toners. Typical toner binders are addition polymerization, polyaddition and polycondensation resins, such as styrene, styrene-acrylate, styrene-butadiene, acrylate, polyester, phenol-epoxide resins, polysulfones, polyurethanes, individually or in combination, and also polyethylene and polypropylene, which may each include further ingredients, such as charge control agents, waxes or flow assistants, or as subsequently modified with these additives.

**[0057]** The pigments conditioned according to the invention are further useful as colorants in powders and powder coatings, especially in triboelectrically or electrokinetically sprayable powder coatings used for surface coating of objects composed for example of metal, wood, plastic, glass, ceramic, concrete, textile material, paper or rubber.

**[0058]** Powder coating resins used are typically epoxy resins, carboxyl- and hydroxyl-containing polyester resins, polyurethane and acrylic resins together with customary hardeners. Combinations of resins are also used. For instance, epoxy resins are frequently used in combination with carboxyl- and hydroxyl-containing polyester resins. Typical hardener components (depending on the resin system) include for example acid anhydrides, imidazoles and also dicyandiamide and derivatives thereof, capped isocyanates, bisacrylurethanes, phenolic and melamine resins, triglycidyl isocyanurates, oxazolines and dicarboxylic acids.

**[0059]** The pigments conditioned according to the invention are also useful as colorants in inkjet inks having an aqueous or a nonaqueous basis and also in inkjet inks which operate according to the hot-melt process.

**[0060]** The pigments conditioned according to the invention are also useful as colorants for color filters and also for additive as well as subtractive color generation.

## EXAMPLES

**[0061]** To evaluate the coating properties of the pigments conditioned according to the invention, a selection was made, from among the multiplicity of known varnishes, of an alkyd-melamine (AM) resin varnish containing aromatic components and based on a medium-oil alkyd resin and on a butanol-etherified melamine resin, a high-solids acrylic resin baking varnish based on a nonaqueous dispersion (HS) and an aqueous polyurethane-based aqueous varnish (PUR). The color strength and hue were determined in accordance with DIN 55986. Millbase rheology after dispersion was rated on the following five-point scale:

---

5 thin  
4 fluid

---

-continued

---

3 thick  
2 slightly set  
1 set

---

**[0062]** Following dilution of the millbase to the final pigment concentration, the viscosity was assessed using a Rossmann viscospatula type 301 from Erichsen.

**[0063]** Gloss measurements were carried out on cast films at an angle of 20° in accordance with DIN 67530 (ASTMD 523) using a "multigloss" gloss meter from Byk-Mallinckrodt.

**[0064]** The crystal phase of the pigments was determined by X-ray spectroscopy. The X-ray spectra were recorded using Cu K $\alpha$  radiation. The X-ray diffraction spectra are reported in digital form. The relative intensities were 51-100% for strong lines, 11-50% for medium lines and 2-10% for weak lines.

**[0065]** In the examples which follow, parts and percentages are by weight.

#### Example 1

**[0066]** 0.1 mol of dimethyl aminoterephthalate hydrochloride is diazotized with sodium nitrite at 0 to 10° C. The clarified diazonium salt solution is added dropwise at room temperature over 1 hour to an acetate-buffered suspension of 0.1 mol of N-acetoacetyl-6-methoxy-7-aminoquinoxaline-2,3-dione in the presence of surfactant, for example @Lutensol AT 25. As soon as the coupling has ended, the batch is heated to 96° C. and filtered and the filter residue is washed salt-free. The moist press cake is dried at 80° C. to obtain C.I. Pigment Yellow 213 prepigment.

**[0067]** 150 parts of C.I. Pigment Yellow 213 prepigment are suspended in 1 850 parts of N-methylpyrrolidone and the suspension is pumped via a calibrated piston pump into the microreactor inlet at a flow rate of 6 ml/min. In the microreactor the suspension is heated to 180° C. The reaction suspension emerging from the reactor is filtered and the press cake is washed with N-methylpyrrolidone and dried under reduced pressure.

**[0068]** The prepigment is present in the alpha-phase, characterized particularly by strong lines at 2theta 3.2, 7.9 and 8.8; and by a medium broad line at 26.6. A crystal phase change takes place during the conditioning in the microreactor; the pigment isolated following the conditioning is in the beta-phase: the three lines characteristic for the alpha-phase are no longer there; instead there is a new strong line at 2theta 9.2; the line at 26.6 becomes the strongest line in the diagram.

**[0069]** The particle sizes of the prepigments are substantially less than 70 nm. The conditioned pigment has a particle size distribution with an average particle size diameter of 221 nm.

**[0070]** The prepigment has a reddish-yellow hue, while the conditioned pigment has a greenish-yellow hue.

#### Example 2

**[0071]** The pigment is prepared as in example 1, except that the conditioning takes place at 130° C. instead of at 180° C.

**[0072]** The pigment thus prepared is likewise in the beta-phase and also has the greenish-yellow hue, but is substantially more transparent and more intensive than the pigment prepared as per example 1.

1) A process for conditioning organic pigments, which comprises thermally treating a liquid prepigment suspension in a microreactor.

2) A process as claimed in claim 1, wherein the liquid prepigment suspension is continuously introduced into the microreactor.

3) A process as claimed in claim 1, wherein a perylene, perinone, quinacridone, quinacridonequinone, anthraquinone, anthanthrone, benzimidazolone, disazo condensation, azo, indanthrone, phthalocyanine, triarylcarbonium, dioxazine, aminoanthraquinone, diketopyrrolopyrrole, thioindigo, thiazineindigo, isoindoline, isoindolinone, pyranthrone or isoviolanthrone prepigment suspension or a mixture thereof is thermally treated.

4) A process as claimed in claim 1, wherein a prepigment suspension of C.I. Pigment Red 123 (C.I. No. 71145), C.I. Pigment Red 149 (C.I. No. 71137), C.I. Pigment Red 178 (C.I. No. 71 155), C.I. Pigment Red 179 (C.I. No. 71 130), C.I. Pigment Red 190 (C.I. 71 140), C.I. Pigment Red 224 (C.I. No. 71 127), C.I. Pigment Violet 29 (C.I. No. 71 129), C.I. Pigment Orange 43 (C.I. No. 71 105), C.I. Pigment Red 194 (C.I. No. 71 100), C.I. Pigment Violet 19 (C.I. No. 73 900), C.I. Pigment Red 122 (C.I. No. 73 915), C.I. Pigment Red 192, C.I. Pigment Red 202 (C.I. No. 73 907), C.I. Pigment Red 207, C.I. Pigment Red 209 (C.I. No. 73 905), C.I. Pigment Red 206 (C.I. No. 73 900/73 920), C.I. Pigment Orange 48 (C.I. No. 73 900/73 920), C.I. Pigment Orange 49 (C.I. No. 73 900/73 920), C.I. Pigment Orange 42, C.I. Pigment Yellow 147, C.I. Pigment Red 168 (C.I. No. 59 300), C.I. Pigment Yellow 120 (C.I. No. 11 783), C.I. Pigment Yellow 151 (C.I. No. 13 980), C.I. Pigment Brown 25 (C.I. No. 12 510), C.I. Pigment Violet 32 (C.I. No. 12 517), C.I. Pigment Orange 64; C.I. Pigment Brown 23 (C.I. No. 20 060), C.I. Pigment Red 166 (C.I. No. 20 730), C.I. Pigment Red 170 (C.I. No. 12 475), C.I. Pigment Orange 38 (C.I. No. 12 367), C.I. Pigment Red 188 (C.I. No. 12 467), C.I. Pigment Red 187 (C.I. No. 12 486), C.I. Pigment Orange 34 (C.I. No. 21 115), C.I. Pigment Orange 13 (C.I. No. 21 110), C.I. Pigment Red 9 (C.I. No. 12 460), C.I. Pigment Red 2 (C.I. No. 12 310), C.I. Pigment Red 112 (C.I. No. 12 370), C.I. Pigment Red 7 (C.I. No. 12 420), C.I. Pigment Red 210 (C.I. No. 12 477), C.I. Pigment Red 12 (C.I. No. 12 385), C.I. Pigment Blue 60 (C.I. No. 69 800), C.I. Pigment Green 7 (C.I. No. 74 260), C.I. Pigment Green 36 (C.I. No. 74 265); C.I. Pigment Blue 15:1,15:2,15:3,15:4, 15:6 and 15 (C.I. No. 74 160); C.I. Pigment Blue 56 (C.I. No. 42 800), C.I. Pigment Blue 61 (C.I. No. 42 765:1), C.I. Pigment Violet 23 (C.I. No. 51 319), C.I. Pigment Violet 37 (C.I. No. 51 345), C.I. Pigment Red 177 (C.I. No. 65 300), C.I. Pigment Red 254 (C.I. No. 56 110), C.I. Pigment Red 255 (C.I. No. 56 1050), C.I. Pigment Red 264, C.I. Pigment Red 270, C.I. Pigment Red 272 (C.I. No. 56 1150), C.I. Pigment Red 71, C.I. Pigment Orange 73, C.I. Pigment Red 88 (C.I. No. 73 312) C.I. Pigment Yellow 175 (C.I. No. 11 784), C.I. Pigment Yellow 154 (C.I. No. 11 781), C.I. Pigment Yellow 83 (C.I. No. 21 108), C.I. Pigment Yellow 180 (C.I. No. 21 290), C.I. Pigment Yellow 181 (C.I. No. 11 777), C.I. Pigment Yellow 74 (C.I. No. 11 741), C.I. Pigment Yellow 213, C.I. Pigment Orange 36 (C.I. No. 11 780), C.I. Pigment Orange 62 (C.I. No. 11 775), C.I. Pigment Orange 72, C.I. Pigment Red 48:21314 (C.I. No. 15 865:2/3/4), C.I. Pigment Red 53:1 (C.I. No. 15585:1), C.I. Pigment Red 208



(C.I. No. 12 514), C.I. Pigment Red 185 (C.I. No. 12 516), C.I. Pigment Red 247 (C.I. No. 15 915) or a mixture thereof is thermally treated.

**5)** A process as claimed in claim 1, wherein the prepigment suspension consists essentially of a prepigment and of a liquid medium consisting essentially of water, one or more organic solvents, an acid, a base or a mixture thereof.

**6)** A process as claimed in claim 5, wherein the prepigment suspension contains 3 to 40 parts by weight, preferably 4 to 20 parts by weight, of the liquid medium per part by weight of prepigment.

**7)** A process as claimed in claim 5, wherein the prepigment suspension contains 4 to 20 parts by weight of the liquid medium per part by weight of prepigment.

**8)** A process as claimed in claim 1, wherein the thermal treatment is carried out at a temperature between 20 and 300° C.

**9)** A process as claimed in claim 1, wherein the thermal treatment is carried out at a temperature preferably between 50 and 250° C.

**10)** A process as claimed in claim 1, wherein the thermal treatment is carried out at a pressure between atmospheric pressure and 100 bar.

**11)** A process as claimed in claim 2, wherein sensors and control circuits integrated in the microreactor the flow rate of the introduced liquid prepigment suspension and the temperature of the thermal treatment.

**12)** A process as claimed in claim 1, wherein the prepigment which is thermally treated as a liquid prepigment suspension in a microreactor was prepared in a microreactor.

\* \* \* \* \*